



⑮ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenl gungsschrift
⑩ DE 195 16 387 A 1

⑳ Aktenzeichen: 195 16 387.7
㉔ Anmeldetag: 4. 5. 95
㉕ Offenlegungstag: 7. 11. 96

㉖ Int. Cl.⁶:
C 08 J 3/22

D 01 F 1/04
C 08 L 23/02
C 09 D 17/00
C 09 B 67/20
// C 08 L 23/02, 23/04,
23/10, 33/04, 33/14,
C 08 F 20/10, 8/14,
8/30, 20/28, 20/34,
C 09 C 3/10, 1/48, 1/04,
1/36

DE 195 16 387 A 1

㉗ Anmelder:
Hüls AG, 45772 Marl, DE

㉘ Erfinder:
Berke, Fritz, 44652 Herne, DE; Schrenk, Volker, Dr.,
45896 Gelsenkirchen, DE; Scheiba, Manfred, 45138
Essen, DE; Schäfer, Werner, 45129 Essen, DE; Hahn,
Günter, Dr., 45475 Mülheim, DE

㉙ Dispergiermittel für Pigmentkonzentrate

㉚ Dispergiermittel für Pigmentkonzentrate.
Die Herstellung von Pigmentkonzentraten für die Einfärbung
von Polyolefinformmassen, bei denen das Pigment sehr fein
dispergiert ist, gelingt, wenn man für die Herstellung der
Pigmentkonzentrate ein Dispergiermittel verwendet, das im
wesentlichen aus folgenden Komponenten besteht:
0 bis 90 Gew.-% eines weitgehend amorphen Poly- α -Olefins,
0 bis 90 Gew.-% Polyolefinwachs,
0 bis 30 Gew.-% kristallines Polyolefin sowie
1 bis 50 Gew.-% eines bestimmten Polyacrylsäureesters.

DE 195 16 387 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 09. 96 602 045/268

9/28

Beschreibung

Gegenstand der Erfindung sind ein Dispergiermittel für Pigmentpräparationen zur Einfärbung von Polyolefinen sowie Pigmentpräparationen, die mittels dieses Dispergiermittels hergestellt werden.

Für das Einfärben von Polyolefinen geeignete Pigmentpräparationen sind bereits bekannt. So beschreibt die DE-AS 12 39 093 Trägermaterialien auf Basis einer Mischung aus einem amorphen Ethylen-Propylen-Blockmischpolymerisat mit einer Viskosität von 5 000—300 000 mPa·s bei 150°C und einem niedermolekularen, kristallinen Polypropylen. Die Verwendung von Polypropylenwachs mit einer Viskosität von 500—5 000 mPa·s bei 170°C und einem isotaktischen Anteil von 40—90 Gew.-% wird in der DE-OS 26 52 628 beschrieben. Aus der DE-PS 42 36 337 geht hervor, daß bestimmte Polyacrylsäureester als Dispergiermittel für Pigmente in organischen Medien geeignet sind.

Nach dem bisherigen Stand der Technik kann bei der Verwendung solcher Trägermaterialien bei der Einfärbung von Polyolefinen das Auftreten von Agglomeraten nicht vollständig verhindert werden. Dies ist insbesondere bei der Herstellung eingefärbter Polyolefin-Fasern nachteilig, da Pigmentagglomerate sowohl zur Verstopfung der Schmelzesiebe des Spinnextruders als auch zum Faserbruch führen können. Faserbrüche sind jedoch höchst unerwünscht, da sie zu einem Produktionsausfall führen, der mit erheblichen Stillstandszeiten und einem beträchtlichen Reinigungsaufwand verbunden ist.

Die Aufgabe bestand daher darin, ein geeignetes Dispergiermittel zu entwickeln, mit dessen Hilfe Pigmente sehr fein dispergiert werden können, so daß bei der Herstellung eingefärbter Polyolefinfasern ein durch Pigmentagglomeration bedingter Faserbruch sicher vermieden werden kann. Aber auch für übliche Spritzguß- und Extrusionsanwendungen ist eine derart feine Dispergierung der Pigmente zur Erhöhung der Farbstärke erwünscht.

Diese Aufgabe wurde durch ein Dispergiermittel gelöst, das im wesentlichen aus folgenden Komponenten besteht:

- I) 0 bis 90 Gew.-% eines weitgehend amorphen Poly- α -Olefins;
- II) 0 bis 90 Gew.-% Polyolefinwachs;
- III) 0 bis 30 Gew.-% kristallines Polyolefin sowie
- IV) 1 bis 50 Gew.-% eines weiter unten beschriebenen Polyacrylsäureesters.

Das weitgehend amorphe Poly- α -Olefin ist ein Polymeres bzw. ein Copolymeres von einem oder mehreren α -Olefinen mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen wie beispielsweise Ethen, Propen, Buten-1, Penten-1, Hexen-1 oder 4-Methylpenten-1. Es kann auf bekannte Weise durch Polymerisation an klassischen Ziegler-Natta-Katalysatoren bzw. deren Weiterentwicklungen gezielt hergestellt werden, z. B. entsprechend DE-PS 23 06 667 oder DE-PS 29 30 108. Vorzugsweise besitzt es folgende Zusammensetzung:

3 bis 75 Gew.-% α -Olefine mit 4 bis 6 Kohlenstoffatomen,
25 bis 95 Gew.-% Propen sowie
0 bis 20 Gew.-% Ethen.

Besonders geeignet sind die unter dem Handelsnamen VESTOPLAST® erhältlichen Propen/Buten-1/Ethen-Terpolymeren und Propen/Buten-1-Copolymeren, jedoch können auch beispielsweise Propen/Ethen- oder Buten-1/Ethen-Copolymere bzw. APP verwendet werden.

Im allgemeinen besitzt das amorphe Poly- α -Olefin eine Viskosität von 1 000 bis 100 000 mPa·s bei 190°C. Das weitgehend amorphe Poly- α -Olefin ist im erfindungsgemäßen Dispergiermittel vorzugsweise zu 5 bis 90 Gew.-%, besonders bevorzugt zu mehr als 20 Gew.-% und insbesondere zu mehr als 30 Gew.-% enthalten.

Polyolefinwachse sind bekannt und sind beispielsweise in Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 24, Verlag Chemie Weinheim 1983, S. 36—45 beschrieben. Hierbei sind insbesondere Polyethylenwachs und Polypropylenwachs zu nennen. Diese liegen entweder als Homopolymer oder auch als Copolymer mit anderen α -Olefinen vor. In der Regel besitzen sie ein Molekulargewichtsmittel \bar{M}_w im Bereich von 700 bis 30 000, wobei ein \bar{M}_w von 900 bis 9 000 bevorzugt ist. Vorzugsweise besitzen sie darüber hinaus eine Dichte von weniger als 0,94 g/cm³ bei 25°C.

Kristalline Polyolefine sind ebenfalls bekannt (Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 19, Verlag Chemie Weinheim 1980, S. 167—226; Kirk-Othmer, Encyclopedia of chemical technology, 3rd edition, vol. 16, John Wiley & Sons New York 1981, pp. 385—478). Geeignet sind beispielsweise Polyethylen niedriger, mittlerer oder hoher Dichte, Homopolypropylen, Propylen-Ethylen- oder Propylen-Butylen-Random-copolymere, Random-Terpolymere von Ethylen, Propylen und Buten-1, Ethylen-Propylen-Blockcopolymere oder Polybuten-1. In einer bevorzugten Ausführungsform wird ein isotaktisches Polypropylen verwendet. Ein besonders geeigneter Typ hiervon besitzt einen MFR-Wert 230/2.16 nach ISO 1133 von 10—40 g/10 min.

Die erfindungsgemäß verwendeten Polyacrylsäureester besitzen üblicherweise ein Molekulargewichtsmittel \bar{M}_w von 1 000 bis 20 000. Sie sind erhältlich durch Umesterung von durch radikalische Polymerisation erhaltenen Polyacrylsäurealkylestern, deren Alkylrest 1 bis 3 Kohlenstoffatome aufweist, mit

- a) gesättigten aliphatischen Alkoholen mit 4 bis 30 Kohlenstoffatomen und/oder
- b) ungesättigten aliphatischen Alkoholen mit 8 bis 30 Kohlenstoffatomen und gegebenenfalls zusätzlich
- c) Polyoxyalkylenmonoolen der allgemeinen Formel



wobei R^1 der Kohlenwasserstoffrest eines Startalkohols R^1OH mit maximal 30 Kohlenstoffatomen ist und vorzugsweise einen Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Butyl-, Octyl-, iso-Octyl-, 2-Ethylhexyl-, Allyl- oder Aralkylrest oder den Rest eines Fettalkohols bedeutet oder ein Alkylsulfonatrest ist,

n 2, 3 oder 4 ist und in der durchschnittlichen Polyoxyalkylengruppe einen mittleren Wert von 2 bis 3 hat und x ein Wert von 1 bis 70 ist und in dem durchschnittlichen Polyoxyalkylenmonool einen mittleren Wert von 4 bis 50, insbesondere 6 bis 20 hat,

d) und gegebenenfalls Dialkylaminoalkanolen der allgemeinen Formel $HO-R^2-NR^3R^4$, wobei R^2 ein zweiwertiger Alkylenrest mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen ist und R^3 und R^4 gleich oder verschieden sind und Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeuten,

wobei das molare Verhältnis der Alkoholkomponenten a) + b) + c) zu den Dialkylaminoalkoholen d) 1 : 0 bis 1 : 0,5 beträgt, und die Komponenten a) bis d) in solchen Mengen verwendet werden, daß 25 bis 70% der Estergruppen umgeestert werden.

Derartige Umesterungsprodukte sind beispielsweise beschrieben in der DE-PS 38 42 201 und DE-PS 38 42 202 sowie in DE-A-39 06 702, 40 06 093, 41 23 478, 42 02 187 und 42 24 412. Diese Umesterungsprodukte haben gegenüber den analogen Copolymerisaten wesentliche Vorteile, wie z. B. eine wesentlich einheitlichere Molekulargewichtsverteilung. Sie sind weitgehend frei von monomeren Anteilen. Durch das Umesterungsverfahren gelingt überhaupt erst die Herstellung von Polyacrylaten, deren alkoholische Esterkomponente olefinische Doppelbindungen aufweist, ohne Bildung von höhermolekularen Nebenprodukten. So ist es ohne weiteres möglich, Polyacrylsäureester mit Oleylalkohol und gleichzeitig mit weiteren Hydroxylgruppen aufweisenden Verbindungen umzuestern.

Bei den erfindungsgemäß zu verwendenden Polyacrylsäureestern werden als Umesterungskomponenten a) bzw. b) gesättigte und/oder ungesättigte Alkohole bis 4 bis 30 bzw. 8 bis 30 Kohlenstoffatomen verwendet. In Frage kommen insbesondere die von den natürlich vorkommenden Fettsäuren durch Hydrierung abgeleiteten gesättigten Fettalkohole, wie Laurylalkohol, Myristylalkohol, Palmitylalkohol, Stearylalkohol oder Behenylalkohol. Von besonderem Interesse sind jedoch die ungesättigten Alkohole, insbesondere Oleylalkohol, bei dessen Verwendung als Umesterungskomponente besonders wirksame Dispergiermittel erhalten werden.

Als kurzkettige Alkohole kommen insbesondere Neopentylalkohol, Hexylalkohol, Octylalkohol und 2-Ethylhexylalkohol in Frage.

Die Umesterungskomponente c) wird durch Polyoxyalkylenmonoole der allgemeinen Formel



gebildet.

R^1 ist dabei der Kohlenwasserstoffrest eines Startalkohols R^1OH . Dieser Startalkohol ist vorzugsweise ein niedriger Alkohol. Der Rest R^1 ist somit bevorzugt ein Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Butyl-, iso-Octyl- oder Allylrest. Es können jedoch auch langkettige Reste, z. B. der Stearyl-/Behenylrest, ausgewählt werden.

Der Index n kann einen Wert von 2, 3 oder 4 haben, so daß es sich bei der Einheit in der Klammer um eine Oxyethylen-, Oxypropylen-, Oxybutylen- oder Oxytetramethyleneinheit handelt. Da die Polyoxyalkylenmonoole Copolymere sein können bzw. in Form eines Gemisches vorliegen können, kann der durchschnittliche Wert von n auch eine gebrochene Zahl sein. Vorzugsweise beträgt der mittlere Wert von n 2 bis 3, insbesondere 2,1 bis 2,3. Die Oxyalkyleneinheiten können dabei blockweise oder statistisch angeordnet sein.

Der Index x gibt die Anzahl der Oxyalkyleneinheiten an. Er hat vorzugsweise einen mittleren Wert von 4 bis 50, insbesondere 6 bis 20.

Die Umesterungskomponente d) kann zusätzlich zur Umesterung eingesetzt werden, jedoch ist deren Einsatz fakultativ und nicht zwingend erforderlich. Die zusätzliche Verwendung der Umesterungskomponente d) hängt insbesondere von der Art des zu dispergierenden Feststoffs und/oder von der Art des organischen Mediums ab.

Die Komponente d) entspricht der allgemeinen Formel $HO-R^2-NR^3R^4$, wobei die Reste innerhalb der oben angegebenen Definitionen vorzugsweise folgende Bedeutungen haben:

R^2 ist ein zweikettiger Alkylenrest mit 2 oder 3 Kohlenstoffatomen;

R^3 und R^4 sind Alkylreste mit 1 oder 2 Kohlenstoffatomen.

Als Komponente d) sind die Verbindungen $HO-(CH_2)_2-N(CH_3)_2$ und $HO-(CH_2)_2-N(C_2H_5)_2$ besonders bevorzugt.

Das molare Verhältnis der Komponenten a) + b) + c) zu d) beträgt 1 : 0 bis 1 : 0,5, wobei aber im allgemeinen ein Verhältnis von 1 : 0 bis 1 : 0,2 bevorzugt ist.

Die Umsetzung wird mit solchen Mengen an Komponenten a) bis d) durchgeführt, daß ein Umesterungsgrad von 25 bis 70% erreicht wird. Bevorzugt ist ein Umesterungsgrad von etwa 40 bis 60%.

Die Umesterung verläuft in aus den obengenannten Patent- und Offenlegungsschriften an sich bekannter Weise bei Temperaturen von etwa 70 bis 140°C in Gegenwart eines Umesterungskatalysators und gegebenenfalls in Gegenwart eines Lösungsmittels.

Das erfindungsgemäße Dispergiermittel kann aus dem Gemisch der Komponenten I) bis IV) nach allen Methoden des Standes der Technik hergestellt werden, beispielsweise durch Schmelzemischen; es kann aber auch als "dry blend" vorliegen.

Der Polyacrylsäureester ist im erfindungsgemäßen Dispergiermittel vorzugsweise zu 3 bis 30 Gew.-% und insbesondere zu 5 bis 15 Gew.-% enthalten.

Dieses Dispergiermittel eignet sich sehr gut für die Dispergierung von Pigmenten. Gegenüber der Verwendung der einzelnen Komponenten wird eine synergistische Wirkung erhalten.

Geeignete Pigmente anorganischer oder organischer Natur können sowohl dem Pigment Handbook, Vol.

1—3, John Wiley & Sons, New York 1988 als auch Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5th edition, vol. A20, pp 213 ff (Phthalocyanines) und 371 ff (Pigments, Organic) entnommen werden. Beispielhaft seien folgende Substanzen angeführt: Ruß, Titandioxid, Zinkoxid, Azo-, Anthrachinon-, Perinon-, Dioxazin-, Indanthron-, Chinacridon-, Isoindolinon-, Perylen-, Phthalocyanin- und Thioindigopigmente.

5 Aus dem Dispergiermittel und den Pigmenten können Pigmentpräparationen innerhalb eines weiten Konzentrationsbereichs hergestellt werden. Hierbei kann es vorteilhaft sein, zusätzlich noch ein Polyolefin zuzugeben. Im allgemeinen enthalten derartige Pigmentpräparationen 10 bis 70 Gew.-% Pigment, 2 bis 60 Gew.-% Dispergiermittel und 0 bis 70 Gew.-% eines zusätzlichen Polyolefins. In einer bevorzugten Ausführungsform werden 10 bis 50 Gew.-% Pigment, 5 bis 40 Gew.-% Dispergiermittel und 10 bis 50 Gew.-% eines zusätzlichen Polyolefins eingesetzt.

10 Die Herstellung der Pigmentpräparation kann hierbei im festen Zustand durch Mischen als "dry blend" oder durch Schmelzemischen in einem Extruder bzw. Knetter erfolgen.

Derart hergestellte Pigmentpräparationen werden als Masterbatches für die Einfärbung von Polyolefinmassen verwendet.

15 In den erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen ist das Pigment auch bei hohen Pigmentkonzentrationen sehr fein dispergiert. In gleichlaufenden Doppelschneckenextrudern werden Dispergiergrade erreicht, die Teilchengrößen über 10 µm ausschließen. Darüber hinaus werden bei der Herstellung der Pigmentpräparationen unter Verwendung des erfindungsgemäßen Dispergiermittels höhere Produktionsdurchsätze erreicht.

20 Die erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen eignen sich insbesondere zur Herstellung von eingefärbten Polyolefinfasern. Die feine Dispergierung des Pigments ist jedoch auch bei der Einfärbung von Spritzgußformmassen oder Extrudaten von Vorteil, da hierdurch eine höhere Farbausbeute am Fertigprodukt erzielt wird.

Im folgenden wird die Erfindung beispielhaft erläutert. Mit Buchstaben gekennzeichnete Versuche sind nicht erfindungsgemäß.

Herstellung der Dispergiermittel

25

Vergleichsbeispiel A

30 Es wurde ein Polyolefinwachs (PP-Wachs) mit einer Dichte von ca. 0,88 g/cm³, einem Erweichungspunkt von ca. 160°C und einer Viskosität bei 170°C von 1 500 mPa·s ohne weitere Zusätze verwendet.

Vergleichsbeispiel B

35 Es wurde eine Schmelzemischung aus folgenden Komponenten hergestellt
79 Gew.-% eines weitgehend amorphen Poly-α-Olefins aus 66 Gew.-% Propen und 34 Gew.-% Buten-1 mit einer Viskosität von 3 000 mPa·s bei 190°C und 21 Gew.-% eines isotaktischen Polypropylens (MFR 230/2,16 von 37,5 g/10 min).

Vergleichsbeispiel C

40 Schmelzemischung aus 50 Gew.-% eines weitgehend amorphen Poly-α-Olefins (wie im Vergleichsbeispiel B) und 50 Gew.-% eines Polyolefinwachses (PE-Wachs) mit der Dichte 0,92 g/cm³ bei 25°C und einem Tropfpunkt von ca. 110°C.

Vergleichsbeispiel D

45 Es wurde ein Polyacrylsäureester folgender Zusammensetzung ohne weitere Zusätze verwendet:
Acrylatcopolymer ($M_n = 5\,600$, $M_w/M_n = 1,9$), das ausgehend von einem Polymethylacrylat ($M_n = 3\,000$) durch Umesterung von 30% aller monomeren Einheiten mit Stearylalkohol entsprechend DE-PS 42 36 337 hergestellt wurde.

Beispiel 1

55 Es wurde eine Schmelzemischung aus folgenden Komponenten hergestellt
75 Gew.-% eines weitgehend amorphen Poly-α-Olefins (wie im Vergleichsbeispiel B),
20 Gew.-% eines isotaktischen Polypropylens (MFR 230/2,16 von 37,5 g/10 min) und
5 Gew.-% des Polyacrylsäureesters gemäß Vergleichsbeispiel D.

Beispiel 2

60 Es wurde eine Schmelzemischung aus folgenden Komponenten hergestellt
47,5 Gew.-% eines weitgehend amorphen Poly-α-Olefins (wie im Vergleichsbeispiel B),
47,5 Gew.-% eines Polyolefinwachses (wie im Vergleichsbeispiel C) und
5 Gew.-% des Polyacrylsäureesters gemäß Vergleichsbeispiel D.

65

Beispiel 3

Es wurde eine Schmelzemischung aus folgenden Komponenten hergestellt

DE 195 16 387 A1

45 Gew.-% eines weitgehend amorphen Poly- α -Olefins (wie im Vergleichsbeispiel B),
45 Gew.-% eines Polyolefinwachses (wie im Vergleichsbeispiel C) und
10 Gew.-% des Polyacrylsäureesters gemäß Vergleichsbeispiel D.

Beispiel 4

Es wurde eine Schmelzemischung aus folgenden Komponenten hergestellt
90 Gew.-% eines Polyolefinwachses (wie im Vergleichsbeispiel A) und
10 Gew.-% des Polyacrylsäureesters gemäß Vergleichsbeispiel D.

Herstellung der Pigmentpräparationen

Pigment, Dispergiermittel und Polyolefin werden 10 Minuten bei 900 rpm im Henschelmischer gemischt und anschließend auf einem Doppelschneckenextruder zu Granulat verarbeitet. Die Ergebnisse sind weiter unten dargestellt.

Bestimmung der Dispergierwirkung anhand der Druckfiltertests

Eine der wichtigsten Prüfmethode zur Beurteilung der Dispergierqualität von Pigmenten in Farbmasterbatches ist der Druckfiltertest.

Bei diesem Verfahren wird eine Vormischung aus Masterbatch und (Polyolefin-)Naturmaterial, die insgesamt einen Pigmentanteil von 10 Gew.-% hat, in einem Extruder aufgeschmolzen und mittels einer Zahnradpumpe über ein definiertes Filterpaket extrudiert. Ende der Messung ist dann, wenn entweder ein Druck von 250 bar erreicht ist oder wenn 60 Minuten vergangen sind.

Maßstab für die Masterbatch-Qualität ist der sogenannte Druckfilterwert (DF), der sich nach folgender Formel errechnet:

$$DF = \frac{(P_{\max} - P_0) \times F \times 100}{t \times K \times G} \quad (\text{bar} \times \text{cm}^2/\text{g})$$

Darin bedeuten:

P_{\max} = Enddruck (bar)

P_0 = Druck bei Betrieb nur mit Naturmaterial (bar)

F = Filterfläche (cm^2)

t = Meßzeit (min)

K = Konzentration (%)

G = Durchsatz (g/min)

Der Druckfilterwert ist also ein Maß dafür, wie schnell das Filterpaket durch Pigmentagglomerate verstopft wird. Niedrige DF-Werte stehen für eine gute Dispergierung der Pigmente.

Beispiele 5 bis 7 sowie Vergleichsbeispiele E bis I

Wie oben beschrieben, wurde eine Pigmentpräparation aus folgenden Komponenten hergestellt

18 Gew.-% Phthalocyaninblau (Heliogenblau K 7090, BASF, Cu-Phthalocyanin- β),

2 Gew.-% Phthalocyaningrün,

3 Gew.-% TiO_2 ,

2 Gew.-% Ruß,

Dispergiermittel der Art und Menge, wie in der Tabelle 1 angegeben, Rest: Polypropylen (MFR 230/2,16 von 20 g/10 min)

Tabelle 1

Druckfiltertest

Beispiel bzw. Vergleichs- beispiel	Dispergiermittel aus Beispiel bzw. Vergleichsbeispiel Nr.	Menge an Disper- giermittel [Gew.-%]	Druckfilter- wert
5	1	10	3,7
6	2	10	1,7
7	4	10	5,3
E	A	10	6,7
F	B	10	6,1
G	C	10	7,5
H	D	2	9,3
I	D	4	6,7

Die Vergleichsbeispiele H und I (entsprechend DE-PS 42 36 337) zeigen, daß sogar bei weit überproportionalen Zugabemengen an uncompoundiertem Polyacrylsäureester nur unbefriedigende Ergebnisse erhalten werden.

Beispiel 8 sowie Vergleichsbeispiel J

Wie oben beschrieben, wurde eine Pigmentpräparation aus folgenden Komponenten hergestellt
 50 Gew.-% Polypropylen (MfR 230/2,16 von 20 g/10 min)
 30 Gew.-% Irgalite Rot 2 BP-Pigment [Azorot 2B Toner(Ca) Pigment Red 48 : 2]
 20 Gew.-% Dispergiermittel der Art, wie in der Tabelle 2 angegeben.

Tabelle 2

Druckfiltertest

Beispiel bzw. Vergleichs- beispiel	Dispergiermittel aus Beispiel bzw. Vergleichsbeispiel Nr.	Druckfilter- wert
8	3	5,7
J	A	14

Beispiel 9 sowie Vergleichsbeispiel K

Wie oben beschrieben, wurde eine Pigmentpräparation aus folgenden Komponenten hergestellt
 50 Gew.-% Polypropylen (MfR 230/2,16 von 20 g/10 min)
 30 G w.-% Irgalite Rubin L4BD-Pigment [Azorot 4B Toner(Ca) Pigment Red 57 1]
 20 Gew.-Teile Dispergiermittel der Art, wie in der Tabelle 3 wiederg geben.

DE 195 16 387 A1

Tabelle 3
Druckfiltertest

Beispiel bzw. Vergleichs- beispiel	Dispergiermittel aus Beispiel bzw. Vergleichsbeispiel Nr.	Druckfilter- wert
9	3	2,7
K	A	6,4

Beispiel 10 sowie Vergleichsbeispiel L

Siehe Tabelle 4.

Tabelle 4
Zusammensetzungen und Druckfiltertest

	Beispiel 10 [Gew.-%]	Vergleichsbeispiel L [Gew.-%]
Polypropylen (MFR 230/2,16 von 20 g/10 min)	40	30
Phthalocyaninblau	40	40
Dispergiermittel aus Bei- spiel 3	20	-
Dispergiermittel aus Ver- gleichsbeispiel A	-	30
Druckfilterwert	0,4	2,1

Patentansprüche

1. Dispergiermittel für Pigmentpräparationen, das im wesentlichen aus folgenden Komponenten besteht:

- I) 0 bis 90 Gew.-% eines weitgehend amorphen Poly- α -Olefins;
- II) 0 bis 90 Gew.-% Polyolefinwachs;
- III) 0 bis 30 Gew.-% kristallines Polyolefin sowie
- IV) 1 bis 50 Gew.-% eines Polyacrylsäureesters, der hergestellt wird durch Umesterung eines durch radikalische Polymerisation erhaltenen Polyacrylsäurealkylesters, dessen Alkylrest 1 bis 3 Kohlenstoffatome aufweist, mit
 - a) gesättigten aliphatischen Alkoholen mit 4 bis 30 Kohlenstoffatomen und/oder
 - b) ungesättigten aliphatischen Alkoholen mit 8 bis 30 Kohlenstoffatomen und gegebenenfalls zusätzlich
 - c) Polyoxyalkylenmonoolen der allgemeinen Formel $R^1O-(C_2H_4O)_xH$, wobei R^1 der Kohlenwasserstoffrest eines Startalkohols R^1OH mit maximal 30 Kohlenstoffatomen aufweist.

men ist,

n 2, 3 oder 4 ist und in der durchschnittlichen Polyoxyalkylengruppe einen mittleren Wert von 2 bis 3 hat und

x ein Wert von 1 bis 70 ist und in dem durchschnittlichen Polyoxyalkylenmonool einen mittleren Wert von 4 bis 50 hat,

d) und gegebenenfalls Dialkylaminoalkanolen der allgemeinen Formel $\text{HO}-\text{R}^2-\text{NR}^3\text{R}^4$, wobei R^2 ein zweiwertiger Alkylrest mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen ist und R^3 und R^4 gleich oder verschieden sind und Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeuten,

wobei das molare Verhältnis der Alkoholkomponenten a) + b) + c) zu den Dialkylaminoalkoholen d) 1 : 0 bis 1 : 0,5 beträgt, und die Komponenten a) bis d) in solchen Mengen verwendet werden, daß 25 bis 70% der Estergruppen umgeestert werden.

2. Dispergiermittel gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das weitgehend amorphe Poly- α -Olefin folgende Zusammensetzung besitzt:

3 bis 75 Gew.-% α -Olefine mit 4 bis 6 Kohlenstoffatomen,

25 bis 95 Gew.-% Propen sowie

0 bis 20 Gew.-% Ethen.

3. Dispergiermittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß das weitgehend amorphe Poly- α -Olefin ein Propen/Buten-1/Ethen-Terpolymer, ein Propen/Buten-1-Copolymer, ein Propen-Ethen-Copolymer, ein Buten-1/Ethen-Copolymer oder APP ist.

4. Dispergiermittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das weitgehend amorphe Poly- α -Olefin eine Viskosität von 1 000 bis 100 000 mPa·s bei 190°C besitzt.

5. Dispergiermittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Polyolefinwachs in Mengen von 5 bis 90 Gew.-% enthalten ist.

6. Dispergiermittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Polyolefinwachs ein Molekulargewichtsmittel \bar{M}_w im Bereich von 700 bis 30 000 und vorzugsweise im Bereich von 900 bis 9 000 besitzt.

7. Dispergiermittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Polyacrylsäureester ein Molekulargewichtsmittel \bar{M}_w von 1 000 bis 20 000 besitzt.

8. Dispergiermittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Polyacrylsäureester zu 3 bis 30 Gew.-%, insbesondere zu 5 bis 15 Gew.-% enthalten ist.

9. Pigmentpräparation, die folgende Komponenten enthält:

10 bis 70 Gew.-% Pigment,

2 bis 60 Gew.-% Dispergiermittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8 und

0 bis 70 Gew.-% eines zusätzlichen Polyolefins.

10. Pigmentpräparation, die folgende Komponenten enthält:

10 bis 50 Gew.-% Pigment,

5 bis 40 Gew.-% Dispergiermittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8 und

10 bis 50 Gew.-% eines zusätzlichen Polyolefins.

11. Polyolefinformmasse oder Polyolefinfertigprodukt, die mit einer Pigmentpräparation gemäß Anspruch 9 eingefärbt sind.